

Rec'd PCT/PTO 15 FEB 2005

PCT/JP03/10395

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

11.09.03

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日
Date of Application: 2002年 8月20日

出願番号
Application Number: 特願2002-239677
[ST. 10/C]: [JP2002-239677]

出願人
Applicant(s): サカタインクス株式会社

REC'D 30 OCT 2003

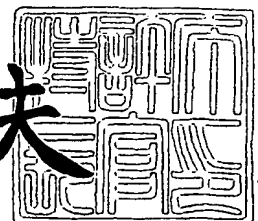
W.P.O. PCT

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2003年10月17日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 SX37A

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C08F218/08

【発明の名称】 無機層状化合物分散液、その製造方法及びその用途

【請求項の数】 7

【発明者】

【住所又は居所】 大阪市西区江戸堀1丁目23番37号 サカタインクス株式会社内

【氏名】 加野 仁紀

【発明者】

【住所又は居所】 大阪市西区江戸堀1丁目23番37号 サカタインクス株式会社内

【氏名】 上野 吉昭

【発明者】

【住所又は居所】 大阪市西区江戸堀1丁目23番37号 サカタインクス株式会社内

【氏名】 松岡 裕

【特許出願人】

【識別番号】 000105947

【氏名又は名称】 サカタインクス株式会社

【代理人】

【識別番号】 100086586

【弁理士】

【氏名又は名称】 安富 康男

【選任した代理人】

【識別番号】 100112025

【弁理士】

【氏名又は名称】 玉井 敬憲

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 033891

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0014815

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 無機層状化合物分散液、その製造方法及びその用途

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 過酸化物 (a) を用いて無機層状化合物 (b) を分散媒体中に分散させてなる

ことを特徴とする無機層状化合物分散物。

【請求項 2】 前記過酸化物 (a) と前記無機層状化合物 (b) とを、質量比率として $(a) / (b) = 2 / 1 \sim 1 / 1000$ で含む混合液を、高速攪拌装置及び／又は高圧分散装置にて分散処理してなる

ことを特徴とする請求項 1 記載の無機層状化合物分散物。

【請求項 3】 前記過酸化物 (a) として過酸化水素を用いてなる

ことを特徴とする請求項 1 又は 2 記載の無機層状化合物分散物。

【請求項 4】 分散媒体中に過酸化物 (a) と無機層状化合物 (b) とを、質量比率として $(a) / (b) = 2 / 1 \sim 1 / 1000$ で添加混合した後、さらに当該混合物を高速攪拌装置及び／又は高圧分散装置にて処理し、へき開させた無機層状化合物 (b) を分散媒体中に分布させる

ことを特徴とする無機層状化合物分散物の製造方法。

【請求項 5】 請求項 1 ～ 3 のいずれかに記載の無機層状化合物分散物 (c) とガスバリア性樹脂 (d) とを含む

ことを特徴とするガスバリア性コーティング剤組成物。

【請求項 6】 前記ガスバリア性コーティング剤組成物中に無機層状化合物分散物 (c) とガスバリア性樹脂 (d) との合計で 1 ～ 30 質量%含有し、 $(c) / (d)$ の質量比率が $30 / 70 \sim 70 / 30$ である

ことを特徴とする請求項 5 記載のガスバリア性コーティング剤組成物。

【請求項 7】 前記ガスバリア性樹脂 (d) として、ポリビニルアルコール系樹脂及びエチレンービニルアルコール系樹脂から選択される少なくとも 1 種を含有する

ことを特徴とする請求項 5 又は 6 記載のガスバリア性コーティング剤組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、無機層状化合物をより薄膜の状態で分散させた無機層状化合物分散液と、それを用いて得られる、高いガスバリア性と透明性を有するガスバリア性コーティング剤組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】

従来、塗料や機能層コーティング等の塗工剤の分野では、無機層状化合物を薄膜状や板状にへき開させ、さらに系中で均一に分布させた（本発明では、この無機層状化合物をへき開させること、及び、系中で均一に分布させることを合わせて“分散”と呼ぶ）ものを、流動性のコントロールや、耐食性、ガスバリアといった機能の付加等で利用している。

【0003】

例えば、ガスバリア用コーティング剤としては、ポリビニルアルコールやエチレン・ポリビニルアルコール系等のガスバリア性樹脂と、水分等を吸収して膨潤・へき開により薄膜状や板状となる、主にカオリナイト族やスメクタイト族の粘土系鉱物の無機層状化合物とを利用し、両者の複合層を形成させることによりガスバリア機能を高めている。

【0004】

そして、このような複合層を形成するタイプでは、無機層状化合物を1層ごとに完全にへき開させた状態で分散させることができれば、最も高いガスバリア性を得ることができ、そのために、従来より高速攪拌機や高圧分散装置等を用いて、無機層状化合物を機械的な応力により分散させる方法が利用されてきた。しかしながら、機械的応力のみでは無機層状化合物を十分に分散させることができず、ガスバリア性が不十分であるばかりではなく、得られる皮膜は不透明となる。

【0005】

従って、せっかく無機層状化合物を利用しても、ガスバリア層が薄膜で形成された場合には、十分なガスバリア性が得られず、一方、膜厚を厚くしてガスバリア性を持たせようとした場合には、重量がかさむばかりか、フィルムが不透明とな

り、包装容器に用いられたときに見栄えを悪くするという新たな問題が発生する。

【0006】

包装容器においては、ガスバリア層は付加的な機能層であるから、低コストで、透明度が高く、さらにフィルムが軽量のままで、輸送や取扱等が困難にならないように、高いガスバリア性をより薄膜で実現できるという性能が求められる。しかしながら、従来の方法で分散させた無機層状化合物を利用したガスバリア性コーティング剤では、この要望を到底満足できないというのが現状である。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の課題は、上記問題点を解決することであり、無機層状化合物をより薄層までへき開させて、塗料やガスバリア性コーティング剤で利用するとき高い耐食性やガスバリア性を付与できる無機層状化合物分散物を提供することである。さらに、より薄膜でガスバリア層を設けた場合、低コストで高い透明性と十分なガスバリア性を有するフィルムを得ることができ、また、膜厚を厚くした場合でも、透明性が良好で、さらに高いガスバリア性を有するフィルムを得ることができる、ガスバリア性コーティング剤を提供することである。

【0008】

【課題を解決するための手段】

(作用)

無機層状化合物は、塗料や機能層コーティングの分野で利用されているが、例えば、ガスバリア性コーティング剤に適用しようとする、無機層状化合物を可能な限りへき開させて、樹脂-無機化合物複合層内のガスの透過経路を長くする（迷路効果）必要がある事が知られている。

【0009】

無機層状化合物は、分散媒体中で膨潤して、そのまま外力を加えなくてもへき開は起こるが、薄膜状にへき開するまでには長時間を有し、また、へき開の程度にも限界がある。そこで、従来から、無機層状化合物を分散媒体中に添加混合した後、高速攪拌装置や高圧分散装置を用いて、機械的な力を加えてへき開を促進す

る方法が用いられてきた。

【0010】

しかしながら、無機層状化合物として利用される材料は、そのほとんどが天然資源として産出される粘土系鉱物群であるため、有機化合物の不純物を含み、この不純物がへき開を阻害する要因となっている。

従って、上記のような機械的な力のみで無機層状化合物をへき開させようとした場合、弱い力ではへき開が進まず、一方、無理な力を付加すると、へき開するより先に割れて薄膜状の無機化合物が得られないという問題があった。

【0011】

それに対して、本発明では、過酸化物を用いて有機化合物の不純物を分解することにより、無理に機械的な力を付加せずに、薄膜状でしかも一次粒子近くまで無機層状化合物をへき開させることができる事を見出したものである。

そして、この方法で無機層状化合物を分散媒体中に分散させた無機層状化合物分散液を用いることにより、より高いガスバリア性や透明性を有するガスバリア性コーティング剤等が得られ、本発明の課題を解決したものである。

【0012】

すなわち、本発明は、(1) 過酸化物 (a) を用いて無機層状化合物 (b) を分散媒体中に分散させてなる無機層状化合物分散物に関する。

また、本発明は、(2) 上記過酸化物 (a) と前記無機層状化合物 (b) との質量比率が、 $(a) / (b) = 2 / 1 \sim 1 / 1000$ である混合液を、高速攪拌装置及び／又は高圧分散装置にて分散処理してなる(1)記載の無機層状化合物分散物に関する。

【0013】

また、本発明は、(3) 上記過酸化物 (a) として過酸化水素を用いてなる(1)又は(2)記載の無機層状化合物分散物に関する。

また、本発明は、(4) 分散媒体中に過酸化物 (a) と無機層状化合物 (b) とを、質量比率として $(a) / (b) = 2 / 1 \sim 1 / 1000$ で添加混合した後、さらに当該混合物を高速攪拌装置及び／又は高圧分散装置にて処理し、へき開させた無機層状化合物 (b) を分散媒体中に分布させる無機層状化合物分散物の製

造方法に関する。

【0014】

また、本発明は、(5) 前記(1)～(3)のいずれかに記載の無機層状化合物分散物(c)とガスバリア性樹脂(d)とを含むガスバリア性コーティング剤組成物に関する。

また、本発明は、(6) 上記ガスバリア性コーティング剤組成物中に無機層状化合物分散物(c)とガスバリア性樹脂(d)との合計で1～30質量%含有し、(c)/(d)の質量比率が30/70～70/30である(5)記載のガスバリア性コーティング剤組成物に関する。

また、本発明は、(7) 上記ガスバリア性樹脂(d)として、ポリビニルアルコール系樹脂及びエチレンービニルアルコール系樹脂から選択される少なくとも1種を含有する(5)又は(6)に記載のガスバリア性コーティング剤組成物に関する。

【0015】

以下、本発明を具体的に説明する。

(1) 無機層状化合物分散物

本発明は、過酸化物(a)を用いて無機層状化合物(b)を分散媒体中に分散させてなる無機層状化合物分散物(c)であり、それぞれの材料としては以下に例示するものが利用可能である。

〔過酸化物(a)〕

過酸化物(a)としては以下のようなものが挙げられる。

- 1) H_2O_2
- 2) M_2O_2 型(M:Na, K, NH_4 , Rb, Cs, Ag, Li等)
- 3) $M'O_2$ 型(M':Mg, Ca, Sr, Ba, Zn, Cd, Hg等)
- 4) R-O-O-R型(Rはアルキル基を表す。以下同様): 過酸化ジエチル等の過酸化ジアルキル類。
- 5) R-CO-O-O-CO-R型: 過酸化ジアセチル、過酸化ジアミル、過酸化ジベンゾイル等の過酸化アシル等。
- 6) 過酸化酸型

a) $-O-O-$ 結合を持つ酸: 過硫酸 (H_2SO_5)、過磷酸 (H_3PO_5) 等。

b) $R-CO-O-OH$: 過ギ酸、過酢酸、過安息香酸、過フタル酸等。

7) 過酸化水素包含物

$(NaOOH)_2/H_2O_2$ 、 $(KOOH)_2/3H_2O_2$ 等

【0016】

特に過酸化水素は、後から還元剤、還元性酵素や触媒を用いて、容易に分解処理することが可能であるため好適であり、1) の過酸化水素の他にも、2)、3)、7) 等の水中で過酸化水素を発生させる材料を利用する事が好ましい。

【0017】

〔無機層状化合物 (b) 〕

無機層状化合物 (b) としては、分散媒体中で膨潤・へき開する無機層状化合物が利用でき、フィロケイ酸塩の 1:1 構造をもつカオリナイト族、ジャモン石群に属するアンチゴライト族、層間カチオンの数によってスメクタイト族、含水ケイ酸塩鉱物であるバーミキュライト族、マイカ族等を挙げることができる。具体的には、カオリナイト、ディッカイト、ナクライト、ハロイサイト、アンチゴライト、クリソタイル、パイロフィライト、モンモリロナイト、バイデライト、ヘクトライト、サポナイト、ソーコナイト、スチープンサイト、テトラシリリクマイカ、ナトリウムテニオライト、白雲母、マーガライト、タルク、バーミキュライト、金雲母、ザンソフィライト、緑泥石等で天然であっても合成物であってもよい。また鱗片状シリカ等も使用できる。これらは単独で用いても良く、2 種以上を併用しても良い。これらの中でも、コーティング剤組成物に使用した場合のガスバリア性能、塗工適性からモンモリロナイトの使用が好ましい。

【0018】

〔分散媒体〕

分散媒体としては、水系分散媒体又は有機系分散媒体のどちらも利用でき、水系分散媒体としては、水のみであっても、水と、メタノール、エタノール、プロパノール等のアルコール類、エチレングリコール、プロピレングリコール等の多価アルコールとそのアルキルエーテル誘導体、ギ酸エチル、酢酸メチル、酢酸エチ

ル等のエステル類、アセトン等のケトン類といった水混和性有機溶媒とを混合した分散媒体であっても良い。

また、有機系分散媒体を利用する場合は、上記の水混和性溶媒を分散媒体として利用することが好ましく、あるいはそれら水混和性溶媒の混合液とすることも可能である。

【0019】

これら分散媒体については、それぞれ用途に適するものを適宜選択して利用すればよいが、ガスバリア性コーティング剤に利用する場合は、ガスバリア性樹脂の溶解性が得られる範囲において、極力、水性媒体とすることが望ましい。

【0020】

これらの材料を用いて、無機層状化合物を分散媒体中に分散させる方法を以下に例示する。

〔無機層状化合物（b）の分散処理〕

分散媒体中に、過酸化物（a）と無機層状化合物（b）とを添加混合した後、超音波分散装置、高速攪拌装置及び／又は高圧分散装置等の分散装置を用いて、無機層状化合物（b）をへき解させ、さらに分散媒体中に均一に分布させる分散処理を行うものである。

【0021】

上記無機層状化合物（b）の分散処理において、過酸化物（a）と無機層状化合物（b）との使用量としては、過酸化物（a）：無機層状化合物（b）の質量比が2：1～1：1000であることが好ましく、その中でも、過酸化物（a）：無機層状化合物（b）の質量比が1：1～5：1000である事がより好ましい。

【0022】

上記分散装置としては、超音波ホモジナイザー、高速ミキサー、回転翼式のホモジナイザーやディスパー等の高速攪拌装置、ゴーリン（APVゴーリン社製）、ナノマイザー（ナノマイザー社製）、マイクロフルイタイザー（マイクロフライデックス社製）、アルチマイザー（スギノマシン社製）、DeBee（Bee社製）等の高圧分散装置が利用できる。高圧分散装置はいずれも商品名である。

【0023】

特に透明で安定な無機層状化合物の分散液を得る為に、上記高圧分散装置を利用して、圧力条件として150MPa以下で分散処理を行うことが好ましい。圧力条件を150MPa以下とするのは、これを超えると、無機層状化合物(b)の粉碎が起こりやすくなるからである。

【0024】

以上の材料と分散方法とから得られる無機層状化合物分散物(c)は、無機層状化合物(b)がより薄膜となった状態で系中に均一に分布することから、非常に高い透明性を有し、良好なガスバリア機能を付与しうる無機層状化合物分散物(c)である。

【0025】

(2) ガスバリア性コーティング剤

本発明を利用してなるガスバリア性コーティング組成物は、前記無機層状化合物分散物(c)及び以下に例示するガスバリア性樹脂(d)、当該ガスバリア性樹脂を溶解させる溶媒を含み、さらにその他の添加剤などを含んでも良いガスバリア性コーティング組成物である。

【0026】

〔ガスバリア性樹脂(d)〕

本発明で利用できるガスバリア性樹脂(d)としては、高結晶性樹脂であるポリビニルアルコール系樹脂、エチレン-ビニルアルコール共重合体樹脂(エチレン-ビニルアルコール系樹脂)、ポリアクリロニトリル系樹脂、ポリアミド樹脂、ポリエステル系樹脂、ポリウレタン系樹脂、ポリアクリル系樹脂等のガスバリア性樹脂から選択される1種以上が利用できる。

【0027】

さらに、樹脂の10 μ mの膜厚における酸素透過度が、室温下で100($\text{cm}^3/\text{m}^2 \cdot \text{day} \cdot \text{kPa}$)以下である事が好ましい。尚、この「樹脂の10 μ mの膜厚における酸素透過度が、室温下で100($\text{cm}^3/\text{m}^2 \cdot \text{day} \cdot \text{kPa}$)以下」とは、JIS K7126 B法に準拠して、酸素透過率測定装置(Moon社製; OX-TRAN100、商品名)を用いて23℃、0%RH(相

対湿度)の雰囲気下で測定した値が $100(\text{cm}^3/\text{m}^2 \cdot \text{day} \cdot \text{kPa})$ 以下となるものである。

【0028】

その中でも、水酸基を有するポリビニルアルコール系樹脂やエチレンービニルアルコール系樹脂が、樹脂自体のガスバリア性に優れるという点で好ましく、さらに、エチレンービニルアルコール系樹脂は高湿度下においてもガスバリア性の低下が少ないという点でより好ましい。

【0029】

〔溶媒〕

上記ガスバリア性樹脂(d)を溶解する溶媒であれば、特に制限はないが、コーティング適性や環境対応の面から、ガスバリア性樹脂(d)との組み合わせを考慮した中で、水、アルコール系溶媒、エステル系溶媒、ケトン系溶媒等の有機溶媒、又は、その混合液等であることが好ましい。特に、ガスバリア性樹脂(d)としてポリビニルアルコール系樹脂やエチレンービニルアルコール系樹脂を用いる場合、適度な水酸基含有量や分子量に調節して、水とアルコールの混合溶媒を利用することが好ましい。

【0030】

〔添加剤〕

コーティング剤組成物には、レベリング剤、消泡剤、ワックスやシリカ等のブロッキング防止剤、金属せっけん、アマイド等の離型剤、紫外線吸収剤、帯電防止剤等必要に応じて加えることができる。

【0031】

〔コーティング剤組成物の製造方法〕

上記の材料を用いて、ガスバリア性コーティング剤組成物を製造する方法を以下に例示する。本発明のコーティング剤組成物の各材料の配合順序は特に限定されず、結果的に無機層状化合物(b)が過酸化物(a)によってへき開処理されている状態であればよい。すなわち、先に分散媒体中に無機層状化合物(b)及び過酸化物(a)を混合し、上記の方法で無機層状化合物(b)をへき開させた分散液と、溶媒に樹脂を溶解させた樹脂溶液とを混合する方法；溶媒中に樹脂、無

機層状化合物（b）及び過酸化物（a）を同時に混合させた混合液を、上記無機層状化合物（b）をへき開する手段で処理する方法等が挙げられる。

【0032】

本発明のガスバリア性コーティング剤組成物は、無機層状化合物分散物（c）とガスバリア性樹脂（d）との合計で1～30質量%含有し、無機層状化合物分散物（c）／ガスバリア性樹脂（d）の質量比率が30／70～70／30で含有する。

無機層状化合物分散物（c）とガスバリア性樹脂（d）との合計で1質量%より少なくなると、適度な膜厚を有するガスバリア層を形成するのが困難となり、一方、30質量%より多くなると流動性が低下して、コーティングが困難になる。無機層状化合物分散物（c）のガスバリア性樹脂（d）に対する質量比率が上記の範囲より少なくなると、ガスバリア性の低下傾向が見られ、一方、多くなるとガスバリア層の皮膜強度が低下して好ましくない。

【0033】

（3）ガスバリア性フィルムの製造

以上の材料と製造方法によって得られたガスバリア性コーティング剤組成物は、さらにプラスチックフィルムに塗工して、ガスバリア性フィルムなどで利用されるものである。

【0034】

〔プラスチックフィルム〕

本発明のガスバリア性コーティング剤組成物により形成されるガスバリア性フィルムの基材として用いられるプラスチックフィルムとしては、透明なフィルム形成能を有する熱可塑性樹脂等により形成されてなるものであれば、特に制限はなく使用できる。例えば、高密度ポリエチレン、低密度ポリエチレン、エチレン－プロピレン共重合体、延伸ポリプロピレン、無延伸ポリプロピレン、エチレン－酢酸ビニル共重合体、エチレン－メチルメタクリレート共重合体、アイオノマー樹脂等のポリオレフィン系樹脂；ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート等のポリエステル系樹脂；延伸ナイロン、無延伸ナイロン等のポリアミド系樹脂、ポリメチルメタクリレート等のアクリル系樹脂；ポリスチレン、

スチレン-アクリロニトリル共重合体、スチレン-アクリロニトリル-ブタジエン共重合体、ポリアクリロニトリル等のスチレン、アクリロニトリル系樹脂；トリ酢酸セルロース、ジ酢酸セルロース等の疎水化セルロース系樹脂；ポリ塩化ビニル、ポリ塩化ビニリデン等のハロゲン含有樹脂；ポリビニルアルコール、エチレン-ビニルアルコール共重合体、セルロース誘導体等の水素結合性樹脂；セロファン、その他の多くの樹脂の単体、共重合体、混合体が挙げられる。これらは単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。

【0035】

〔塗工方法〕

基材であるプラスチックフィルムに、必要に応じて、ウレタン系やアクリル系等のアンカーコート（AC）剤を塗工した後、本発明のガスバリア性コーティング剤組成物を、各種ロールコーターを用いたロールコーティング法、ドクターナイフ法、エアースナイフ・ノズルコーティング法、バーコーティング法、スプレーコーティング法、ディップコーティング法等の通常のコーティング方法を用いて塗工することができる。

【0036】

〔ガスバリア層の膜厚〕

以上の方法によって得られたコーティング剤組成物を、上記塗工方法によってコーティングした乾燥皮膜の厚みは、基材であるプラスチックフィルム、及び、目的とするレベルによって異なるが、通常0.1～5 μm である。透明なフィルムを得る為に、より好ましくは0.3～3 μm である。0.1 μm 以下の膜厚となった場合、目的とするガスバリア性が得られず、5 μm 以上の場合、膜厚を厚くしてもガスバリア性の向上は見られず、しかも、十分な透明性が得られない。

【0037】

本発明のガスバリア性コーティング剤組成物により形成されるガスバリア性フィルムは、十分なガスバリア性を有し、しかも優れた透明性を持ち合わせたガスバリア性フィルムである。

【0038】

【実施例】

以下、実施例に基づいて本発明をより具体的に説明するが、本発明はこれら実施例に限定されるものではない。なお、特に断りのない限り、本実施例において、「部」及び「%」は、それぞれ「重量部」及び「質量%」を表す。

【0039】

(樹脂溶液の調製)

樹脂溶液Aの調製

精製水50%、イソプロパノール（IPA）50%を含む混合溶媒60部に、 $10\mu\text{m}$ の膜厚における酸素透過度が室温下で $0.1(\text{cm}^3/\text{m}^2 \cdot \text{day} \cdot \text{kPa})$ 以下のエチレンービニルアルコール系樹脂（商品名：ソアノールD-2908、日本合成化学（株）製）30部を加え、更に30%の過酸化水素水10部を添加して攪拌下で80℃に加温し、約2時間反応させた。その後冷却して 固形分30%の溶液を得た。冷却した後、カタラーゼを3000ppmになるように添加し、残存過酸化水素を除去し、固形分30%の樹脂溶液Aを得た。

【0040】

樹脂溶液Bの調製

精製水50%、イソプロパノール（IPA）50%を含む混合溶媒70部に、 $10\mu\text{m}$ の膜厚における酸素透過度が室温下で $0.1(\text{cm}^3/\text{m}^2 \cdot \text{day} \cdot \text{kPa})$ 以下のエチレンービニルアルコール系樹脂（商品名：ソアノールD-2908、日本合成化学（株）製）30部を加え、攪拌下で80℃に加温し、約2時間反応させた。その後冷却して 固形分30%の樹脂溶液Bを得た。

【0041】

実施例1、2及び比較例1、2（無機層状化合物分散物を含むガスバリア性コーティング剤組成物の調製）

ガスバリア性コーティング剤組成物1の調製

無機層状化合物として、モンモリロナイト（商品名：クニピアF、クニミネ工業（株）製）5部、過酸化水素0.4部を精製水に攪拌しながら添加し、高速攪拌装置にて十分に分散した。その後、よりへき開を充分なものとする為、高压分散装置を用いて処理し、40℃にて1日間保温し、実施例1の無機層状化合物分散物を得た。精製水50%、IPA50%の混合溶媒60部に、先の樹脂溶液Aを

4部添加し、充分に攪拌混合し、さらに実施例1の無機層状化合物分散物36部を高速攪拌しながら添加した。さらに、この混合溶液を高圧分散装置にて分散処理を行った後、カタラーゼを添加し残存過酸化水素を除去した。これにより得られたガスバリア性コーティング剤組成物1は均一で安定な溶液であった。

【0042】

ガスバリア性コーティング剤組成物2の調製

無機層状化合物として、モンモリロナイト（商品名：クニピアF、クニミネ工業（株）製）5部を精製水95部に攪拌しながら添加し、高速攪拌装置にて十分に分散し、無機層状化合物分散物Aを得た。精製水50%、IPA50%の混合溶媒60部に、先の樹脂溶液Bを4部添加し、充分に攪拌混合した。さらにこの溶液を高速攪拌しながら、無機層状化合物分散物A36部及び30%の過酸化水素水0.4部添加した。この混合溶液を高圧分散装置にて分散処理を行なった後（実施例2の無機層状化合物分散物）、カタラーゼを添加し残存過酸化水素を除去した。これにより得られたガスバリア性コーティング剤組成物2は、均一で安定な溶液であった。

【0043】

ガスバリア性コーティング剤組成物3の調製

無機層状化合物として、モンモリロナイト（商品名：クニピアF、クニミネ工業（株）製）5部を精製水95部に攪拌しながら添加し、高速攪拌装置にて十分に分散し、比較例1の無機層状化合物分散物を得た。精製水50%、IPA50%の混合溶媒60部に、先の樹脂溶液Aを4部添加し、充分に攪拌混合し、さらにこの溶液を高速攪拌しながら、比較例1の無機層状化合物分散物36部を添加した。この混合溶液を高圧分散装置にて分散処理を行い、これにより得られたガスバリア性コーティング剤組成物3は均一で安定な溶液であった。

【0044】

ガスバリア性コーティング剤組成物4の調製

10 μ mの膜厚における酸素透過度が室温下で0.1（cm³/m²・day・kPa）以下の完全けん化ポリビニルアルコール（商品名：ゴーセノールNルー05、日本合成化学（株）製 けん化度99.5%以上）3部を精製水97部に

分散させた後、加熱して完全に溶解した。得られたガスバリア性コーティング剤組成物 4（比較例 2）は透明で均一な溶液であった。

【0045】

（塗工方法）

ガスバリア性コーティング剤組成物 1～4 について 255 メッシュのフィルターにてろ過し、バーコーターにてバリアコート層の膜厚が 0.3 μ または 1 μ になるように、AC 剤を塗工した OPP フィルム（商品名：パイレン P-2161、厚さ 25 μ 、東洋紡（株）製）に塗工し、乾燥後、40℃にて 3 日間エージングを行った。

【0046】

（評価方法）

（1）酸素透過率

JIS K7126 B 法に準じて、酸素透過率測定装置（Moccon 社製；OX-TRAN100、商品名）を用いて上記各塗工物の酸素透過率（OTR 値）を測定した。なお、測定条件は、23℃、80%RH の雰囲気下で行った。

【0047】

（2）透明性

上記の塗工物の透明性を目視にて評価した。その状態から、A：基材と同等もしくはほぼ同等、B：くもりが見られるの二段階で判定した。

【0048】

（3）基材との密着性

コーティング薄膜の表面にカッターナイフで 3～4 cm 程度の×印の切れ込みを入れ、その上にセロハンテープを貼り付ける。貼り付けたセロハンテープを一気に剥がして、コーティング薄膜の剥離状態を目視で観察する。その剥離状態から、A：全く剥離しない、B：僅かに剥離が認められるの二段階で判定した。

評価結果を表 1 に示した。

【0049】

【表 1】

	バリヤコート 層の厚み	酸素透過率 ($\text{cm}^3/\text{m}^2 \cdot \text{day} \cdot \text{kPa}$)		透明性	基材との 密着性
			厚み 1μ で の換算値		
基材OPP	—	1800	—	A	—
実施例1	0.3μ	13	3.9	A	A
実施例2	0.3μ	12	3.6	A	A
比較例1	0.3μ	40	12	B	A
比較例2	1μ	1200	1200	A	A

【0050】

【発明の効果】

本発明の無機層状化合物分散物は、無理に機械的な力を付加せずに、薄膜状でしかも一次粒子近くまで無機層状化合物がへき開された分散物であり、このような過酸化物の存在下でへき開・分散させた無機層状化合物を含有するガスバリヤ性コーティング組成物は、膜厚に関わらず透明性が良好で、さらに高いガスバリヤ性を有するガスバリヤ層の形成を可能とするものである。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 無機層状化合物をより薄層までへき開させて、塗料やガスバリア性コーティング剤で利用するときに高い耐食性やガスバリア性を付与できる無機層状化合物分散物を提供し、さらに、より薄膜でガスバリア層を設けた場合、低コストで高い透明性と十分なガスバリア性を有するフィルムを得ることができ、また、膜厚を厚くした場合でも、透明性が良好で、さらに高いガスバリア性を有するフィルムを得ることができる、ガスバリア性コーティング剤を提供する。

【解決手段】 過酸化物（a）を用いて無機層状化合物（b）を分散媒体中に分散させてなる無機層状化合物分散物（c）、及び、該無機層状化合物分散物（c）とガスバリア性樹脂（d）とを含むガスバリア性コーティング剤組成物。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2002-239677
受付番号	50201230753
書類名	特許願
担当官	第六担当上席
作成日	平成14年 8月21日

<認定情報・付加情報>

【提出日】

平成14年 8月20日

次頁無

特願 2002-239677

出願人履歴情報

識別番号

[000105947]

1. 変更年月日

2001年 8月 8日

[変更理由]

住所変更

住 所

大阪府大阪市西区江戸堀1丁目23番37号

氏 名

サカタインクス株式会社